

⑫ 公表特許公報(A)

平3-505708

⑬ 公表 平成3年(1991)12月12日

⑭ Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	審査請求有	予備審査請求有	部門(区分)	2(3)
B 23 B 27/14	B	7632-3C				
B 23 P 15/28	Z	8709-3C				
C 04 B 35/10	E	8924-4G				

(全11頁)

⑮ 発明の名称 アルミナ-ジルコニア-シリコンカーバイド-マグネシア組成物と切削工具

⑯ 特 願 平1-511765

⑰ 翻訳文提出日 平3(1991)4月26日

⑱ 出 願 平1(1989)10月13日

⑲ 国際出願 PCT/US89/04610

⑳ 国際公開番号 WO90/05119

㉑ 国際公開日 平2(1990)5月17日

優先権主張 ㉒ 1988年11月3日 ㉓ 米国(US) ㉔ 266,735

⑳ 発 明 者 メーロトラ, バンカジ クマー アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア州 15601 グリーンスバーグ
ピータース ロード 23

㉑ 出 願 人 ケンナメタル インコーポレイ アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア州 15650 ラトロープ ビ
テッド
一. オー. ボックス 231

㉒ 代 理 人 弁理士 齊 藤 侑 外2名

㉓ 指 定 国 AT(広域特許), AU, BE(広域特許), CH(広域特許), DE(広域特許), FR(広域特許), GB(広域特許), IT(広域特許), JP, KR, LU(広域特許), NL(広域特許), SE(広域特許), SU

最終頁に続く

特許(内容に変更なし)

請求の範囲

1. レーキ面と;

フランク面と;

上記レーキ面とフランク面との連絡部における
切削エッジとから構成され;

約1.5~17.5容積%のシリコンカーバイドホ
イスカーと;

約5~17.5容積%のジルコニアと;

約0.03~3容積%の量で加えられたマグネシア
添加物の残量と;

本組成の残りを基本的に形成するアルミナと
から基本的に成るアルミナ主成分のセラミック組成
を有しており;

ここで上記シリコンカーバイドホイスカーと上
記ジルコニアと上記マグネシア添加物の残量とは
上記アルミナから成るマロリックスに実質的に均
質に分散されており;

また、ここで上記セラミック組成の少なくとも
約4.0容積%は正方晶系ジルコニアであること
を特徴とする金属切削インサート。

2. 上記組成の少なくとも約6.0容積%は正方

晶系ジルコニアである請求の範囲第1項記載の金
属切削インサート。

3. 上記組成の少なくとも7.0容積%は、正方晶
系ジルコニアである請求の範囲第1項記載の金属
切削インサート。

4. 上記マグネシア添加物の残量を約0.03~2
容積%含む請求の範囲第1項記載の金属切削イン
サート。

5. 上記マグネシア添加物の残量を約0.04~1
容積%含む請求の範囲第1項記載の金属切削イン
サート。

6. 約2.5~15容積%のシリコンカーバイドホ
イスカーを含む請求の範囲第1項記載の金属切削
インサート。

7. 約2.5~10.5容積%のシリコンカーバイド
ホイスカーを含む請求の範囲第1項記載の金属切
削インサート。

8. 約7.5~17.5容積%のジルコニアを含む請求
の範囲第1項記載の金属切削インサート。

9. 10~15容積%のジルコニアを含む請求の範
囲第1項記載の金属切削インサート。

10. 上記ジルコニアは、2ミクロンよりも小さ

REST AVAILABLE COPY

い平均粒子寸法を有している請求の範囲第1項記載の金属切削インサート。

11. 上記ジルコニアは、1ミクロンよりも小さい又は等しい平均粒子寸法を有している請求の範囲第1項記載の金属切削インサート。

12. レーキ面と;

フランク面と;

上記レーキ面とフランク面との連結部における切削エッジとから構成されており;

約1.5~17.5容積%のSiCと、

約5~17.5容積%のZrO₂と、

1000表面フィート/分で0.025インチ/回転で0.100インチの切込み深さの条件下で100~200の範囲のブリネル硬度番号を有したAISI1045鋼を旋盤加工するとき少なくとも12分の寿命を切断エッジに与えるのに有効な量だけ付加されたマグネシア添加物の残量と;

上記シリコンカーバイドホイイスカーと上記ジルコニアと上記マグネシウム酸化物添加物の残量とが実質的に均質に分散されたアルミナ主成分のマトリックスとから成るアルミナ主成分のセラミック組成を有しており;

属切削インサート。

20. 上記ジルコニアは、2μmより小さい平均粒子寸法を有している請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

21. 基本的に、

約1.5~17.5容積%のシリコンカーバイドホイイスカーと;

約5~17.5容積%のジルコニアと;

約0.03~3容積%の量加えられたマグネシア添加物の残量と;

本組成の残りを基本的に形成するアルミナとから構成されており;

ここで、上記シリコンカーバイドホイイスカーと上記ジルコニアと上記マグネシア添加物の残量とは、上記アルミナから形成されたマトリックスに実質的に均質に分散されており;

また、ここで本セラミック組成のうち少なくとも約4.0容積%は、正方晶系ジルコニアであることを特徴とするアルミナ主成分のセラミック組成。

22. 上記組成のうち少なくとも約6.0容積%は、正方晶系ジルコニアである請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

また、ここで正方晶系ジルコニアは、上記アルミナ主成分のセラミック組成のうちの少なくとも4容積%を形成していることを特徴とする金属切削インサート。

13. 上記寿命は、少なくとも約15分である請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

14. 上記寿命は、少なくとも約20分である請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

15. 少なくとも6容積%の正方晶系ジルコニアを含む請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

16. 少なくとも7容積%の正方晶系ジルコニアを含む請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

17. 少なくとも8容積%の正方晶系ジルコニアを含む請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

18. 上記アルミナ主成分のマトリックスは、不純物を除いて全てアルミナである請求の範囲第12項記載の金属切削インサート。

19. 上記ジルコニアは、5μm以下の平均粒子寸法を有している請求の範囲第12項記載の金

23. 上記組成のうち少なくとも約7容積%は、正方晶系ジルコニアである請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

24. 上記マグネシア添加物残量の約0.03~2容積%を含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

25. 上記マグネシア添加物残量の約0.04~1容積%を含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

26. 約2.5~15容積%のシリコンカーバイドホイイスカーを含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

27. 約2.5~10.5容積%のシリコンカーバイドホイイスカーを含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

28. 約7.5~17.5容積%のジルコニアを含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

29. 10~15容積%のジルコニアを含む請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

30. 上記ジルコニアは、2ミクロンよりも小さい

特許(内容に変更なし)

明 細 書

アルミナ-ジルコニア-シリコンカーバイド-マグネシア組成物と切削工具

い平均粒子寸法を有している請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

31. 上記ジルコニアは、1ミクロンよりも小さい又は等しい平均粒子寸法を有している請求の範囲第21項記載のアルミナ主成分のセラミック組成。

発明の技術的背景

本発明は、ジルコニアとシリコンカーバイドとを含んだアルミナ主成分のセラミックの切削工具に関し、特に、柔らかい鋼やダクタイル又はマレブル鋼鉄を高速度粗機械加工するのに役立つセラミック切削工具に関する。

これまで、ジルコニアは、破断靱性及び若しくは曲げ強度を高めるために米国特許第4,534,534号及び第4,507,224号で述べられている選択されたアルミナ-シリコンカーバイドのホイスカ-で補強された合成物に特定量加えられていた(米国特許第4,657,877号と4,748,667号;日本特許公報昭62-265182号;Clavsen等の『ホイスカ-補強の酸化物セラミックス』物質対談録C1,補遺No.2,47巻1986年2月,ページC1-883~C1-702;Becher等の『ホイスカ-補強によるセラミックスの靱性強化』セラミックスの破断仕組み7,Bradt等の編集,プレナムプレス社,ニュ

ーヨーク(1986),ページ51~73を参照されたい)。

ジルコニアは、破断靱性及び若しくは曲げ強度を改善するためには単斜晶系及び若しくは(準安定の)正方晶系の相でなければならないと述べられて来た。更に、準安定の正方晶系の相は、ジルコニア粒子寸法を小さくすることによって、又は立方晶系相を完全に安定化させるのに必要とされるよりも少ない量のイットリア、カルシア、マグネシア及び希土類酸化物のような立方晶系ジルコニア安定化促進剤を使用して得られるものと述べられて来た。

アルミナ、ジルコニア及びシリコンのカーバイドホイスカ-に他の添加物を加えて又は加えずに構成された切削工具が提案されている(ヨーロッパ特許出願第86107916.8(第0208910号として1987年1月21日に公告された);米国特許第4,749,667号;『セラミックの多重靱性化』テクノジャパン,19巻,第10,1986年10月,ページ78;第0194811号として1986年9月17日公告されたヨーロッパ特許出願第86301597.0を参照すること)。これらの工具によって切削される素材によって表示する場合、これらの工具は、鋼鉄や硬化鋼やニ

ッケル主成分の超合金の機械加工に適用されて来た。これらは、金属切削中に生じる高温度で切削インサート中のシリコンカーバイドに対して相対的に低い反応しか行わない全ての素材である。上記文献のいずれも、柔らかい鋼の高速度粗削りに使用する金属切削インサートにとって、切削性能はジルコニア、マグネシア、シリコンカーバイド及び正方晶系ジルコニアの含有量に対して本願出願人が今知見した限界範囲の組合せ以内にアルミナ主成分のセラミック組成を制御することによって大幅に改善されると云うことを教示しておらず、示唆もしていない。

発明の要約

出願人は、約1.5~17.5容積%のシリコンカーバイドホイスカ-と、約5~17.5容積%のジルコニアと、残渣のマグネシウム酸化物又は他のマグネシウム酸化物の添加物と、少なくとも4容積%の正方晶系のジルコニアとを含んだアルミナ主成分のセラミック切削インサートは、柔らかい鋼の高速度粗削りに使用されるとすばらしい切削エッジ寿命をもつことを驚きをもって知見した。わずかなマグネシアの添加物は、室温では正方晶

系（即ち安定の正方晶系）のジルコニアの量が減少されるように作用することを知見したといえ、効果的な量のこの添加物はAISI（アメリカ鉄鋼協会）1045鋼のような柔らかい鋼を高速で粗い旋盤加工にかけると切削エッジの寿命に大きく悪影響を与えるということが驚きをもって知見された。本発明によると、190～200の範囲のブリネル硬度番号を有したAISI 1045鋼を1000表面フィート/分で0.025インチ/回転で0.100インチの切込み深さの条件下で旋盤加工すると、好ましいことには少なくとも12分の寿命を切削エッジに与えるのに効果的な量だけマグネシア添加物がこの組成に加えられることが驚きをもって知見された。より好ましくはこれらのマグネシアの添加物は少なくとも15分の、最も好ましくは少なくとも20分の切削エッジ寿命を与えることができる。マグネシアは、好ましくは約0.03～3容積％、より好ましくは約0.03～2.0容積％、最も好ましくは約0.04～1.0容積の量だけ加えられるべきである。好ましいことには、本発明に係わるアルミナ主成分のセラミック組成は、約2.5～15容積％、より好ましくは約2.5～10.5容積％のシリ

は機械可能性の金属切削インサート10は、レーキ面30とフランク面50とこれらレーキ及び7フランク面の連結部の切削エッジ70を有している。切削エッジ70は、第1図に示しているようにチャンファのついた状態（例えばR-ランド）となっている。金属切削インサートは、約1.5～17.5容積％のシリコンカーバイドホイスカーと、約5～17.5容積％のジルコニアと、約90～200 BHN（ブリネル硬度番号）の硬度を有したAISI 1045鋼のような柔らかい鉄主成分の合金を高速粗旋盤加工するのに使用された時、切削エッジの金属切削寿命を延ばすのに有効な量だけ加えられた残渣のマグネシウム酸化物又は他のマグネシウム酸化物の化合物添加物とを含むアルミナ主成分のセラミック組成物で構成されている。シリコンカーバイドホイスカーとジルコニアと残渣のマグネシアは、アルミナ主成分のマトリックスに実質的に均質に分散されている。

シリコンカーバイドホイスカーは、最小レベルの切削エッジ寿命の改善を確実にするために少なくとも約1.5容積％のレベルで存在する。より好ましくは、シリコンカーバイドホイスカーは、

シリコンカーバイドホイスカーを含むものである。

本発明に係わるジルコニアの含有量は、好ましくは約7.5～17.5容積％、より好ましくは10～15容積％である。本発明によると、ジルコニアの重要なわずかな量（好ましくは少なくとも2.2容積％）は、正方晶系のジルコニアの形を成しており、又組成の内の少なくとも4容積％を形成しなければならない。組成の内好ましくは少なくとも6容積％、より好ましくは少なくとも7容積％、最も好ましくは少なくとも8容積％が正方晶系ジルコニアの形を成している。

本発明のこれらの及び他の局面は、以下に簡潔に説明した図面と関連した本発明の詳細な説明を詳読するとより明かになるであろう。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明に係わる正方形の切削インサートの一実施例の等角投影図である。

第2図は、マグネシア又はイットリアの添加物の容積％の函数とした組成中の正方晶系ジルコニアの容積パーセントのグラフを示している。

発明の詳細な説明

本発明において、第1図に示すように好ましく

約2.5容積％又はそれ以上、最も好ましくは約5容積％又はそれ以上存在する。シリコンカーバイドホイスカーの含有量は、好ましくは組成の約17.5容積％を超すべきでない。この値を超えたシリコンカーバイドホイスカーの含有量は、柔らかい鋼の高速粗旋盤加工中の切削エッジ寿命を大幅に減じることになるものと我々は信じている。

従って、AISI 1045のような鋼の高速粗切削中において更に切削エッジ寿命を最大にするために、シリコンカーバイドホイスカーの最大含有量は、アルミナ主成分のセラミック組成の約15容積％に又はより少なく、より好ましくは10.5容積％に又はより少なく保持されることが望ましい。

ここで使用されるシリコンカーバイドホイスカーは、例えばこれまでニッケル主成分の超合金を機械加工するためにアルミナ主成分の金属切削インサートに使用されてきた商取引で入手可能ないずれのブランドでもよい。

好ましくないのはほぼ等軸形状の又は小板形状のシリコンカーバイド粒子がこの発明のシリコンカーバイドホイスカーの一部にとってかわっている場合である。

ジルコニアの含有量は、セラミック組成の約5~17.5容積%の範囲に入っている。この範囲からはずれたジルコニアの含有量は、AISI1045鋼の高速切削中に切削エッジ寿命を減じるような組成を提供するものと信じられる。

好ましくは、切削エッジ寿命を最大にするにはジルコニアの含有量は組成の約7.5~17.5容積%、より好ましくは約10~15容積%の範囲内に入っているべきである。正方晶系のジルコニアの濃度は、最良の切削性能のために最大にすべきであると我々は信じているのであるが、室温で存在する可能な限り多量の正方晶系ジルコニアを機械加工中切削エッジに生ずる歪度又は可能な限り近い歪度での靱性化を図るために利用すべきであるというのが我々の意見であり、例えより多くとは言わずとも等しく重要なものである。従ってマグネシアは切削エッジの寿命を最大限伸すために重要であるとみなされてきたるわずかなしき効果的な量だけ存在するのが本発明にとって重量なのである。本発明に依ると、セラミック組成の少なくとも約4容積%及び存在しているジルコニアの少なくとも約22容積%は、正方晶系ジルコニア

でなければならない。好ましくは正方晶系のジルコニアは組成の少なくとも約6容積%、より好ましくは組成の少なくとも約7容積%、最も好ましくは組成の少なくとも約8容積%を形成している。

マグネシア添加物は、室温で観察される正方晶系のジルコニアの量を減じると言う事実にもかかわらず、好ましくは組成の約0.03~2容積%、より好ましくは約0.03~1.0容積%、最も好ましくは約0.04~1.0容積%の範囲で加えられる。マグネシアは、コンパクトブレスの直前にアルミナ又はジルコニアとブレンドされたり、又はアルミナ又はジルコニアと事前にブレンドされたり又は事前に合金される。事前にブレンドされたマグネシアは、高温で安定の正方晶系ジルコニアにおいてより効果であって、かくしてより少量のマグネシアが添加されるようにし且つ高マグネシア添加物の有害な作用(例えば、より低い溶融点のガラスとMg-Al-Oの形成)を最少にするのにより有効であると信じられているので、マグネシア粉体を事前にブレンドしておくことが好ましい。マグネシアをつくるために煅焼のような付加処理工程を必要とマグネシウムカーバイドのような他

のマグネシウム-酸素化合物の等量をマグネシア添加物で全部又は部分的に代替される。ブレンドされた組成物の焼結後は、マグネシア添加物は、分離状態では存在せず、残渣として存在する。この残渣は、例えば、マグネシウムアルミ酸塩、マグネシアとアルミナの固溶体、マグネシアとジルコニアの固溶体及び若しくは、例えば、シリコンカーバイドホイイスカー上の薄いコーティングとして存在するシリコン二酸化物の不純物で形成されたガラスを含む。セラミック組成物の残りは、基本的には、アルミナであり、好ましくは不純物を除いて全てアルミナである。あらゆる場合、このアルミナ主成分のセラミック組成物は、少なくとも40容積%のアルミナ、好ましくは少なくとも50容積%のアルミナを含んでいる。

ホイイスカーとしての及び若しくは実質的に等軸の粒子としてのチタニウムカーバイドは、組成の約2~35容積%、好ましくは約10~30容積%の量添加される。チタニウムカーバイドは、アルミナよりも高い熱膨張係数を有している。従って、チタニウムカーバイドの添加物は、より多くの正方晶系ジルコニアが室温で保有されるようにしなけ

ればならないと思われている。チタニウムカーバイドホイイスカーは、A. Kato等の『化学蒸気析出でのチタニウムカーバイドホイイスカーの生長速度』J. Cryst. Growth, 37(1977)、ページ283~300と、N. Tassari等の『化学蒸気析出によるTiCホイイスカーの生長に関する各種金属及び耐火酸化物の触媒効果』J. Cryst. Growth, 46(1979)、ページ221~237に述べられた方法によって製造され且つ採取される。チタニウムカーバイドホイイスカーとそれらのアルミナ主成分の切削インサートへの組込みと利用については、1987年5月28日に出願され且つ Kennametal 社に譲渡され現在米国特許第4,852,988となっている Nehretta等の米国特許出願第056,091号に開示されている。

ここで使用されるアルミナ粉は、Alcoa(例えば、グレードA16SG)によって、又はCeralox(例えば、マグネシアを含む又は含まないグレードHPA-0.5)によって、又はReynolds Chemicals(グレードRCHP又はRCHP-DBM)によって生産されているような高純度アルミナ(即ち、>99%純度)でなければならない。

イットリア、カルシア、希土類酸化物及び正方晶系から単斜晶系への転換温度における還元を介して切削エッジ寿命に影響を持つ他の化合物は、好ましいことには、全からく、存在するとすれば不純物としてのみ存在している。

本発明に係る上記金属は、粉碎され、ブレンドされ、高温で固められ、好ましくは全体がアルミナまたはシリコンカーバイド、マグネシア添加物からのマグネシア残渣、ジルコニア及びチタニウムカーバイドがもし幾分でもあれば少なくとも実質的に均質に分布されているアルミナ主成分のマトリックスを有した少なくとも98%、好ましくは99%の稠密アルミナ主成分セラミック組成物を生成する。ホットプレス焼結の温度は、好ましくは、1700℃より低く、より好ましくは1650℃より低く、最も好ましくは約1600℃より低く保持され、ジルコニア粒子の生長を最小に抑え、これによって最終製品に存在する正方晶系（即ち、準安定正方晶系）ジルコニア相を最少に抑える。切削インサートにおける平均的なジルコニア粒子寸法は、約5ミクロンを超えるべきでなく、好ましくは2ミクロンを、より好ましく

は1ミクロンを超えるべきでない。しかし、このジルコニア粒子は、使用中に大部分の正方晶系ジルコニアが単斜晶系ジルコニアに変換できるように充分大きいものでなければならない。この最小寸法は、セラミック組成に依存し、現在のところ決定されていない。

特定の理論によって束縛されるのを望まないが、出願人は、本発明について次の説明を提供している。アルミナ-シリコンカーバイドホイッスカー、ジルコニア組成物において、室温で得られる準安定正方晶系ジルコニアの量は、イットリア、カルシア及び若しくは希土類酸化物のようないわゆる立方晶系の安定化剤の添加又はジルコニア粒子寸法の減少によって増大される。（Stevens氏の『ジルコニア-ジルコニア及びジルコニアセラミックスへの紹介』マグネシウムエレクトロン刊第113号、マグネシウムエレクトロン社イギリス1986年）。この文献は、一般に上記リストの安定化剤の内にマグネシアを含んでいるが、マグネシアが現在の組成に約0.3-3容積%の量加えられると、マグネシアは室温で存在している正方晶系ジルコニアの量を減じると云うことを出願人は知見

している。イットリアがジルコニアに加えられると、ジルコニアの正方晶系と立方晶系の相をより低い温度まで安定化させる傾向にある。マグネシアを除いて全ての上記安定化剤と大部分の不純物は同様の方法で ZrO_2 に作用する（即ち、それらは、正方晶系ジルコニア相が安定している温度を下げる）。室温で、幾分かジルコニアが、準安定正方晶系のジルコニアとして存在し得る。引張応力の作用の下で、この正方晶系ジルコニアは、単斜晶系になり、転換脆性化を生じさせる。しかし、温度が上るに従って、正方晶系ジルコニアは安定化し、従って単斜晶系結晶構造への転換に役立たなくなる。かくして、より低い温度で正方晶系ジルコニアを安定化させるイットリアのような添加物や不純物は、切削チップ温度が高速機械加工で約1000-2000℃に上昇するので金属切削の用途には不適当である。それ故、本発明の理論に依ると、ジルコニアの単斜晶系から正方晶系への転換温度を上昇させる添加物が、高温転換脆性化に必要とされている。我々は、転換温度を上昇させる MgO と HfO_2 のただ2つの酸化物の添加物が存在していることを見出した。かくして、ジ

ルコニア粒子寸法を小さく保つことによって大部分のジルコニアは、マグネシア又はハフニウムとジルコニアを合金にすることによって金属切削の高温で準安定正方晶系ジルコニアとして保有されるものと我々は信じている。これによって、金属切削運転における工具寿命を高めるのを補助しているものと思われる。

ジルコニアは、通常、不純物として約2重量%に及ぶハフニウムを含んでいることを注意すべきである。

マグネシア添加物が金属切削性能に影響すると云う重要で確実なインパクトは、本発明を正確に解説している次の例によってより明白に表示されている。

6つの組成物が用意されていて（表1）、呼称の組成物は Al_2O_3 -10容積%の SiC （シリコンカーバイドホイッスカー）-10容積%の ZrO_2 であった。わずかな Y_2O_3 と MgO の添加が行われた。混合物No.6の場合、約0.05重量%（約0.06容積%）の MgO が、粉体製造業者によって Al_2O_3 と共にブレンドされていた。これで約0.04容積%のマグネシア含有量が混合物No.

6に与えられた。これら粉体の50gパッチが、1時間Al₂O₃のサイクロイドを使用したジャーミルで先ずAl₂O₃とZrO₂。(もしあれば、安定化添加物との)スラリー(プロパノール)をブレンドすることによって用意された。超音波処理されたSiCvスラリーが次いで加えられ、混合物全体が1時間ブレンドされた。Al₂O₃とZrO₂のスラリーが、予かじめ粉砕され、0.5~0.6μmと0.6~0.8μmの平均粒子寸法を各々得る(BETによって計測された対応した比表面積は、各々10~14m²/gと20~40m²/gであった)。次いで、混合物は、平鍋で乾燥され、100メッシュのスクリーンでふるいにけられ、アルゴン中で1時間表1の下に示されている温度と圧力で1インチ直径のグラファイト型でホットプレスされた結果的に構成されたビレットは、99%以上の密度で、切断され、研磨され、物理的及び機械的性質の計測のためにみがかれた。ビレットは、更に切断され研磨されて金属切削テスト用の複雑可能なインサートを形成した。

表2: 性質

混合物 No. RA硬度	破断靱性 K _{IC} (E&C) ¹ (MPa m ^{1/2})	正方晶系 ZrO ₂ %	
		ZrO ₂ 容積 %	組成 容積 %
1 93.3	5.59	84	8.4
2 93.3	4.97	100	10
3 93.6	5.96	70	7
4 93.6	4.63	98	9.8
5 93.8	5.88	84	8.4
6 93.8	5.88	76	7.6

※1 エバンスとチャールスの『ノッチにより破断靱性の決定』J. アメリカンセラミック協会、59巻の第7~8、No. P371と372、18.5kgの負荷を使用している。

※2 磨き表面のX線回折によって計測されたものである。ジルコニアの残りは単斜晶系のジルコニアと思われる。最少量存在するかも知れない立方晶系のジルコニアは、正方晶系のジルコニアの見積内に含まれている。

ホットプレスされた組成物の物理的及び機械的性質は、表2に示されている。

ポーター-ホイヤーの公式(ポーター等のJ-アメリカンセラミック協会、62巻、第5~6(1979年)、ページ298~305)は、単斜晶系 ZrO₂ 111耐火物 (I_m(111))と正方晶系 ZrO₂ の111耐火物 (I_t(111))のピーク強度から単斜晶系 ZrO₂ の分敗(V_m)を推定するために変更され且つ使用された。

表1: 組成物

呼称組成	Al ₂ O ₃ - 10容積%の SiCv - 10容積% ZrO ₂
Al ₂ O ₃	: Alcoa A16SG
SiCv	: 東海カーボン(株) (東京、日本) TOKAVHISKER (TOKANAX) グレード1 (0.3 - 1.0μm直径; 20 - 50μm長さ)
ZrO ₂	: ZirCar - 不安定化されている
HgO	: フィッシャー科学社-リージェント グレードBET=40.4 m ² /g
Y ₂ O ₃	: Moly 社、BET=15.4 m ² /g

ホットプレス

混合物No.	温度(°C)	圧力(Psi)	組 成
1	1650	4000	呼称
2	1650	4500	呼称+1容積%Y ₂ O ₃
3	1625	4500	呼称+1容積%HgO
4	1600	4500	呼称+1容積%Y ₂ O ₃ +1容積%HgO
5	1625	4500	呼称、しかし使われていたAl ₂ O ₃ はCoraloxグレードHPA-0.5(0.5-0.7μm平均粒子寸法であった点を除く)
6	1625	4500	呼称、しかし使われていたAl ₂ O ₃ はCoraloxグレードHPA-0.5HgOを含む(0.05重量%)

$$V_m = 1.603 I_m(111) / (1.603 I_m(111) + I_t(111)) \quad (1)$$

$$V_t = 1 - V_m \quad (2)$$

但しV_tは正方晶系ZrO₂の分敗である。

全体の組成における正方晶系ZrO₂の推定された容積分敗(V_t)は、 $v_t = V_t v_z$ (3)

但しv_zは混合物に加えられた全ZrO₂の容積分敗である。上記関係はZrO₂は上で述べた相転換を除いて硬化中に実質的に変化しないままでいると想定している。

第2図は、上記組成における正方晶系ジルコニアの量に与える各種添加物の作用を示している。マグネシア添加物は正方晶系ジルコニアの量を低下させる(カーブ1)ことになり、これに対しイットリア添加物は、室温で正方晶系ジルコニアの量を増加させる(カーブ2)のが明らかに見受けられる。

表3: AISI1045 鋼(192-200 BHN) 切削加工

インサート	切削エッジ寿命と	平均寿命
材料	破損状態	(分)
混合物1	14.0 BK 14.7 BK	14.4
同 2	8.0 BK 12.6 BK	10.3

同 3	15.9 BK	29.2 FV	22.6
同 4	1.7 BK	7.7 FV	4.7
同 5	17.0 FV	7.5 BK	12.3
同 6	22.8 DN	32.8 FV	27.9

テスト条件

1000 sfm (表面フィート/分)
 0.025 ipr (インチ/回転)
 0.100 インチd.o.o (切込み深さ)
 SNGN-45ST (ANSI B212.4-1986に依る米国国家規格表示) 指標可能な
 切削インサートスタイル (切削エッジ準備: 0.00
 5インチ×20° K-ランド)

- 15° リード角 (側方切削エッジ角)
- 5° 側方レーキ角
- 5° 後方レーキ角
- 冷却剤無し

切削エッジ寿命の基準

- FW-0.015° 一様なフランク摩耗
- MW-0.030° 集中したフランク摩耗
- CR-0.004° クレータ摩耗
- DN-0.030° 切込ノッチの深さ
- CH-0.030° 集中摩耗又は欠け

8	1550℃	5000psi	4%+0.258% MgO
9	1550℃	5000psi	4%+0.508% MgO
10	1550℃	5000psi	4%+1.0 8% MgO
11	1550℃	5000psi	4%+3.0 8% MgO

表4に示されている第2シリーズの混合物7~11は、マグネシアのレベルが正方晶系ジルコニア含有量と切削エッジ寿命に与える効果を更にデモンストレーションするために造られたものである。全てのサンプルは、基本的に、混合物1~6から造られたサンプルに対して述べられたように処理され且つホットプレスされた。

それら素材の物理的及び機械的性質は、表5に報告されている。正方晶系ジルコニアの含有量はマグネシア添加物の量を増大させながら再度明白に減少していることが明らかに見受けられる。この結果は、第1図のカーブ3に示されている。混合物7~11は、カーブ1によって表わされた素材に見出されるものよりも多い正方晶系ジルコニア含有量を有しているのが見受けられる。この効果は第2グループの混合物で使用されたより低いSiCw含有量(5容積%対10容積%)に、依るものと思われる。出願人は、一般に

BK-磁断

※AISI 1045は、統一標番システム(UNS)の表示-G 10450。

予かじめ機械加工されたAISI 1045鋼の高速粗切削における指標可能なインサート切削エッジの寿命は、表3に示されている。切削エッジ寿命における重要な改善は、マグネシアの添加によって達成されるのに対し、イットリアを含む組成に存在する高レベルの正方晶系ジルコニアにもかかわらずイットリアが加えられると工具寿命の短縮が起ることが明白に見受けられる。

表4: 組成物

呼称組成物: Al₂O₃ - S 容積% SiCw - 10容積% ZrO₂

Al₂O₃: Ceralex - HPA - 0.5 MgO 無し

SiCw: 東海グレード1

ZrO₂: マグネシウムエレクトロン(SC 15)-

不安定化処理済み(0.5-0.6 μm 粒子寸

法 BET 5-8 m²/g)

ホットプレス

混合物No.	温度℃	圧力(Psi)	組成物
7	1535℃	5000psi	4%+0.058% MgO

SiCw ホイスカー含有量が増大するに従って正方晶系ジルコニアの量が或る所定のジルコニア含有量とジルコニア粒子寸法に対して減少し、他の全ては一定に保持されていることを観察した。

表5: 性質

混合物No.	MgO 容積%	RA	弾性率 E (B&C)(MPa)	熱膨張係数 α (10 ⁻⁶ /℃)
7	0.05	93.5	5.57	8.5
8	0.25	93.4	5.00	8.1
9	0.50	93.3	5.06	8.0
10	1.0	93.4	4.75	7.6
11	3.0	93.6	4.88	7.3

AISI 1045 鋼の高速粗切削での指標可能なインサート切削エッジの寿命は、表6に示されている。

表6: AISI 1045鋼(19-199 BHN)の旋盤加工

インサート	切削エッジ寿命と 材料	材料	平均寿命 (分)
混合物 7	19 bk	5 ch/bk	12
8	12.6dn/ch	1 bk	8.8
9	12.3dn		13.2
10	9.7bk		8.4

1 1 7.0bk

6.9

表5と表8に示されたデータを提供するために使用されたテスト手順及び条件と切削エッジの寿命基準については、表2と表3に対して述べられたものと同じであった。

本発明に係るもう一つ別の例では、 Al_2O_3 -2.5容積%の SiC -10容積%の ZrO_2 -1.05容積%の MgO を含む組成物がつくられた。この組成物50gのパッチは、1時間 Al_2O_3 サイクロイドを使用したジャー型粉砕機において、 Al_2O_3 (Coralex グレード HPA-0.5 μm (0.05重量%)を有する)、 ZrO_2 (マグネシウムエレクトロン SC15) 及び MgO (フィッシャーリーゼント グレード) のスラリー (プロパノール) を先ずブレンドすることによって用意された。超音波処理された SiC (東海グレード1) のスラリーが次いで加えられ全体の混合物が1時間ブレンドされた。 Al_2O_3 と ZrO_2 を含んだスラリーは、各々約0.5~0.7 μm と0.5 μm ~0.6 μm の平均粒子寸法を得るために予め粉砕されていた。次いで混合物は平鍋で乾燥され、100メッシュのスクリーンでふるいにかけられ、室温で

30,000psiで平衡状態で圧縮された。結果的に生じた冷えた圧縮された板から次いで小片が切出され、1気圧のアルゴン内で1時間1700℃で焼結され、引続いて17,000psiのアルゴン内で1時間1600℃で平衡状態でホットプレスがかけられた。この結果得られたサンプルは、99%密度よりも大きいものであった。(即ち完全に緻密なものであった)。

従来例で述べられたように、サンプルは次いで物理的及び機械的テストのために準備され、指標可能な切削インサートに研磨された。サンプルは約8.8容積%の正方晶系ジルコニアを含むことが決定された。このように処理された素材は、約5 μm 又はそれ以下のジルコニア粒子寸法を有しているものと推定される。表3で述べられたスタイルの切削インサートは、表3で使用された条件のもとでテストされた。14.4分(DN破壊)と18.9分(FWとCHの破壊)の切削エッジ寿命が得られた。

切削エッジ寿命は、もし切削エッジがホーニング仕上げされ及び若しくはインサート表面がラッピングされたり又は磨かれ、素材の塊(即ち磨か

れた表面)の特性よりも大きいパーセントの単斜晶系ジルコニアとより低いパーセントの正方晶系ジルコニアとを含む表面材を除去すれば延長され又はより一様になれるものと思われる。研磨応力は、準安定正方晶系ジルコニアの一部が単斜晶系ジルコニアに転換されている表面層を形成することが知られている。使用中に高温にさらされるインサートの少なくともそれら表面域は、高温転換に役立つ最大量の正方晶系ジルコニアを有しているのが望ましい。

ここで参照された全ての特許出願及び文献は、結果的に参考までに組込まれている。

本発明の他の実施例については、ここで開示された発明のこの明細書又は実施を考慮すると当業者にとって明らかになろう。本発明の真正な技術的範囲及び精神は、次の請求の範囲によって示されているものであり、明細書や例は単なる事例にすぎないものであると考慮すべきである。

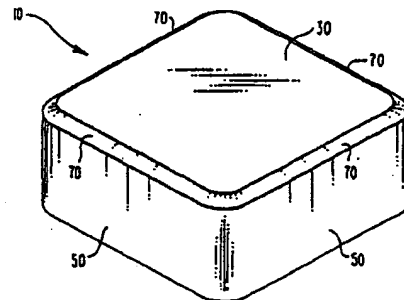


FIG. 1

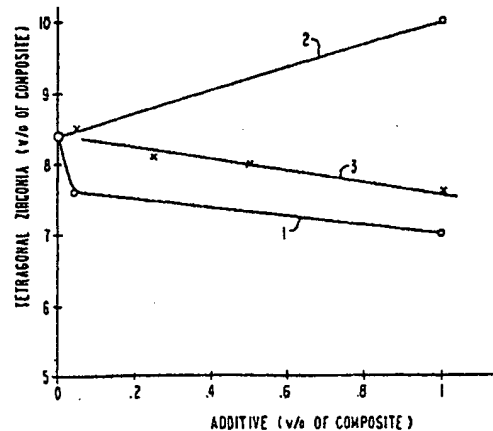


FIG. 2

第1頁の続き

優先権主張

◎1988年11月3日◎米国(U S)◎266,721

◎発明者

ビルマン エリザベス アール アメリカ合衆国 メリーランド州 21154 デイア ヒル ロー
ド ストリート 3311

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☒ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.